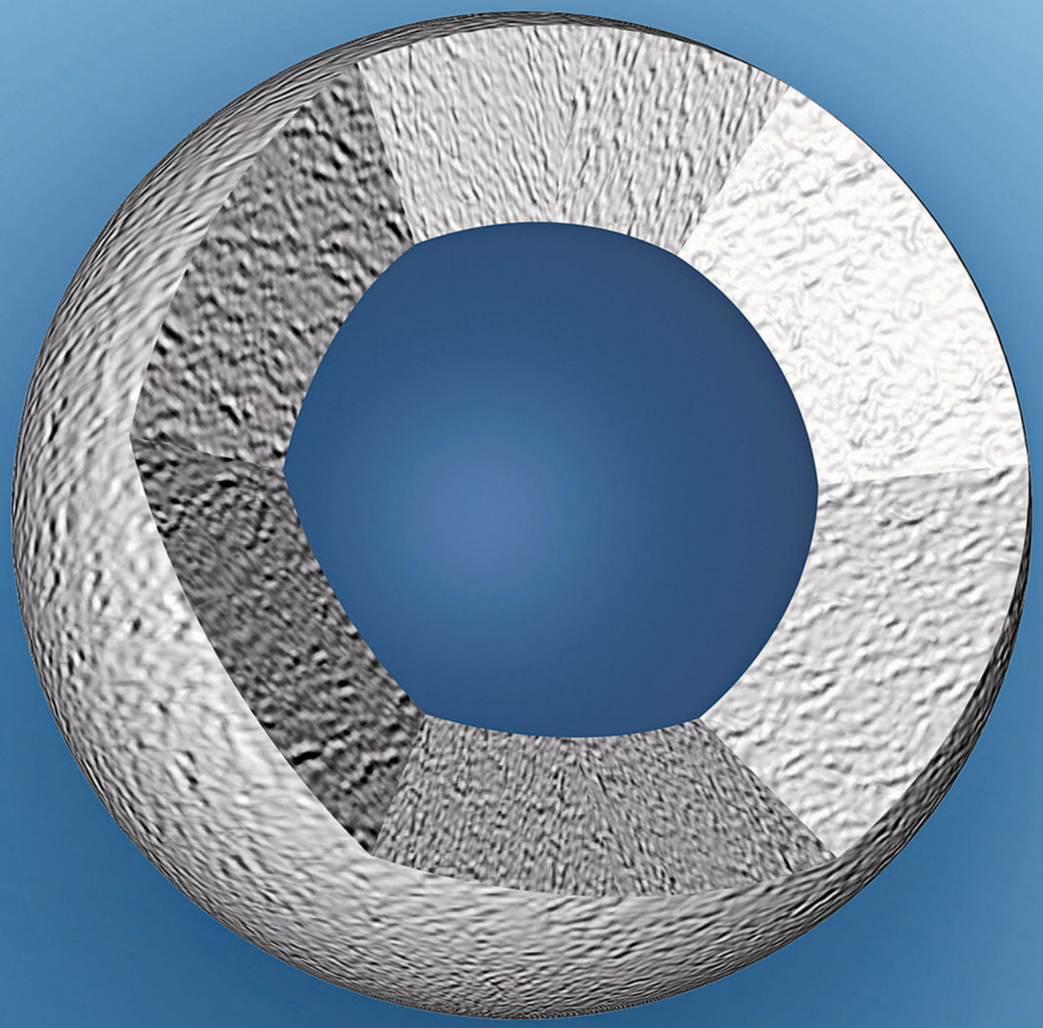
LC GC

Ausgabe in deutscher Sprache

Jahrgang 7 Nummer 2



Moderne Core-Shell-Technologie für eine schnelle HPLC

Abbildung mit freundlicher Genehmigung von Macherey-Nagel.

Titelgeschichte

2 **Schnelle HPLC bei moderaten Drücken durch Core-Shell-Technologie**
Florian Taft und Detlef Lambrecht,
Macherey-Nagel GmbH & Co. KG, Dueren, Deutschland.

Feste Rubriken

6 **GC-Verknüpfungen**
Wie man den Betriebszustand einer länger ungenutzten GC-Säule wiederherstellt
John V. Hinshaw, BPL Global Ltd, Hillsboro, Oregon, USA.

Sonderbeiträge

13 **Internationaler Branchentreffpunkt zeigt neue Lösungen und Trends**
Analytica 2012, 17–20 April 2012, München, Deutschland.

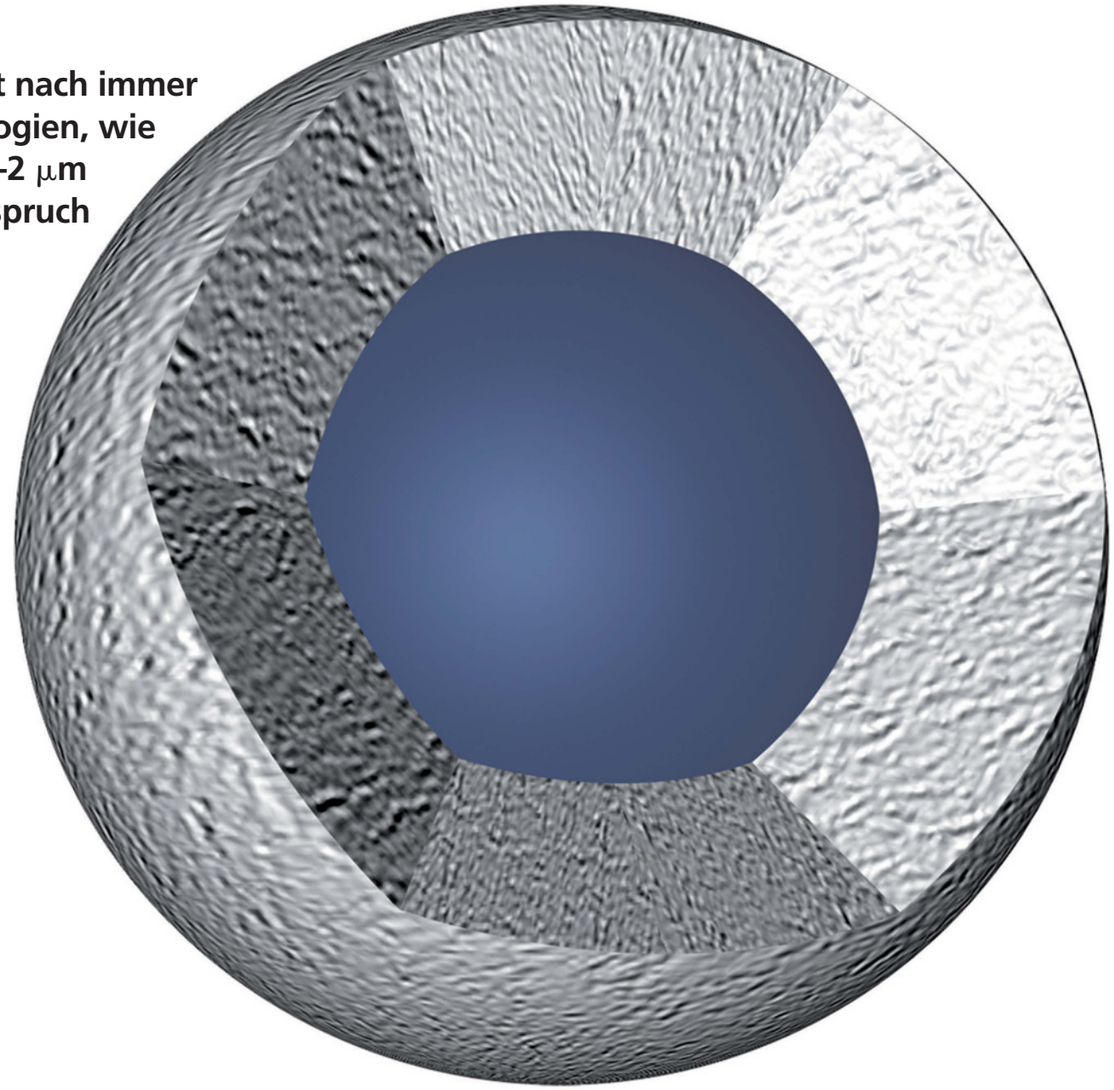
16 **Produkte**

ADVANSTAR

Schnelle HPLC bei moderaten Drücken durch **Core-Shell-Technologie**

Florian Taft und Detlef Lambrecht, Macherey-Nagel GmbH & Co. KG, Düren, Deutschland.

Der zunehmend höhere Probendurchsatz in einem modernen HPLC-Labor verlangt nach immer schnelleren Methoden. In den letzten Jahren wurden daher verschiedene Technologien, wie die Anwendung von monolithischen HPLC-Säulen oder die ultra-fast HPLC mit sub-2 µm Partikeln entwickelt. Auch die moderne Core-Shell-Technologie stellt sich dem Anspruch an eine schnelle HPLC, aber bei moderaten Drücken und mit hoher Trenneffizienz.



Einleitung

Während die Verkleinerung der Partikelgrößen von vollständig porösen Kieselgelen hin zu sub-2 µm Partikeln eine deutliche Verkürzung der Analysenzeiten bewirkt, steigt der Säulenrückdruck mitunter bis zu 1000 bar an, was kostspielige Neuanschaffungen von ultra high pressure LC-Geräten erforderlich macht. Monolithische Phasen ermöglichen zwar die gewünschte Verkürzung der Analysenzeiten auf konventionellen Geräten bei niedrigen Drücken, jedoch erreichen sie nicht die Trennleistung von sub-2 µm Partikeln.

Da die Anforderungen an HPLC-Trennungen in Hinblick auf höchste Effizienz noch nicht erfüllt waren, wurden weitere Optimierungen notwendig.

Optimierung von HPLC-Partikeln

Um die Leistungsfähigkeit von HPLC-Säulen in Bezug auf höhere Auflösung und verkürzte Analysenzeiten zu steigern, ist eine höhere Bodenzahl N bzw. eine niedrigere Bodenhöhe h bei hoher linearer Geschwindigkeit u notwendig.

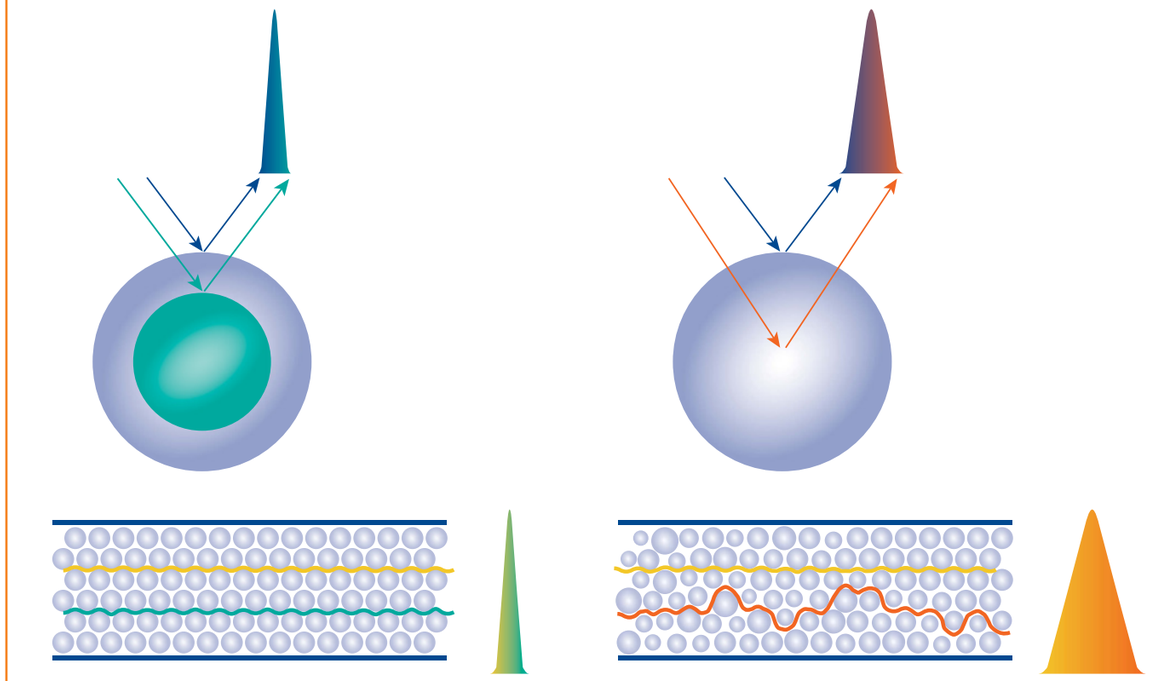
Auflösungs-Gleichung

$$R_s = \frac{\sqrt{N}}{4}\left(\frac{\alpha-1}{\alpha}\right)\left(\frac{k_i'}{k_i'+1}\right) \quad [1]$$

R_s: Auflösung
α: Selektivität
k_i': Retention
N: Bodenzahl, $N \propto 1/d_p$
d_p: Partikelgröße

Gemäß der van-Deemter-Gleichung [1] nimmt aber die Bodenhöhe h, nach einem Minimum (maximale Bodenzahl), mit der weiteren Erhöhung der linearen Geschwindigkeit u zu. D.h. eine höhere Flussrate führt bei 5 und 3 µm Partikeln zwar zu einer kürzeren Analysenzeit, jedoch unter Verlust der Auflösung. Niedrigere Bodenhöhen bei hohen Flussraten werden mit sub-2 µm Partikeln erreicht. A- und C-Term der van-Deemter-Gleichung sind Funktionen des Partikeldurchmessers. Mit dem kleineren Partikeldurchmesser verringert sich daher die Bodenhöhe. Die resultierenden hohen Säulenrückdrücke bis zu 1000 bar stellen aber hohe Anforderungen an die LC-Geräte. Konventionelle HPLC-Systeme sind jedoch für diese Drücke nicht ausgelegt. Dagegen lassen sich sehr hohe lineare Geschwindigkeiten und Drücke um nur 100 bar mit monolithischen Kieselgel-Säulen erzielen. Die

Abbildung 1: Diffusionswege in Core-Shell-Partikeln vs. vollporösen Partikeln, oben: Stoffaustausch (C-Term), unten: Eddy-Diffusion (A-Term).



Bodenhöhe ist aber annähernd nur mit 3 µm porösen Kieselgelen vergleichbar. Auch zeigen sich Nachteile der Beladungskapazität.

Daher musste das Ziel einer weiteren Optimierung von HPLC-Partikeln sein, die Vorteile hoher Flussraten bei gleichzeitig moderatem Druck und hoher Auflösung zu realisieren. Die moderne Core-Shell-Technologie entspricht dieser Forderung durch Verwendung von nicht vollständig porösem Kieselgel.

Core-Shell-Technologie

Bei der Core-Shell-Technologie wird in einem Sol-Gel-Prozess auf einem festen Kern (Core) aus Siliciumdioxid eine poröse Schale (Shell) aus Kieselgel aufgebaut. Ein 2,7 (bzw. 2,6) µm Core-Shell-Partikel hat je nach Hersteller einen Kern mit einer Größe von 1,7 (bzw. 1,9) µm und eine poröse Schale von 0,5 (bzw 0,35) µm. Der Diffusionsweg der mobilen Phase durch die poröse Schicht (mittlerer Diffusionsweg ca. 0,5 µm) verkürzt sich daher deutlich im Vergleich zu vollständig porösen 3 µm Partikeln (mittlerer Diffusionsweg ca. 1,5 µm).

Abbildung 3: Druckabfall von Core-Shell-Phasen vs. vollporösen sub-2 µm und 3 µm Phasen.

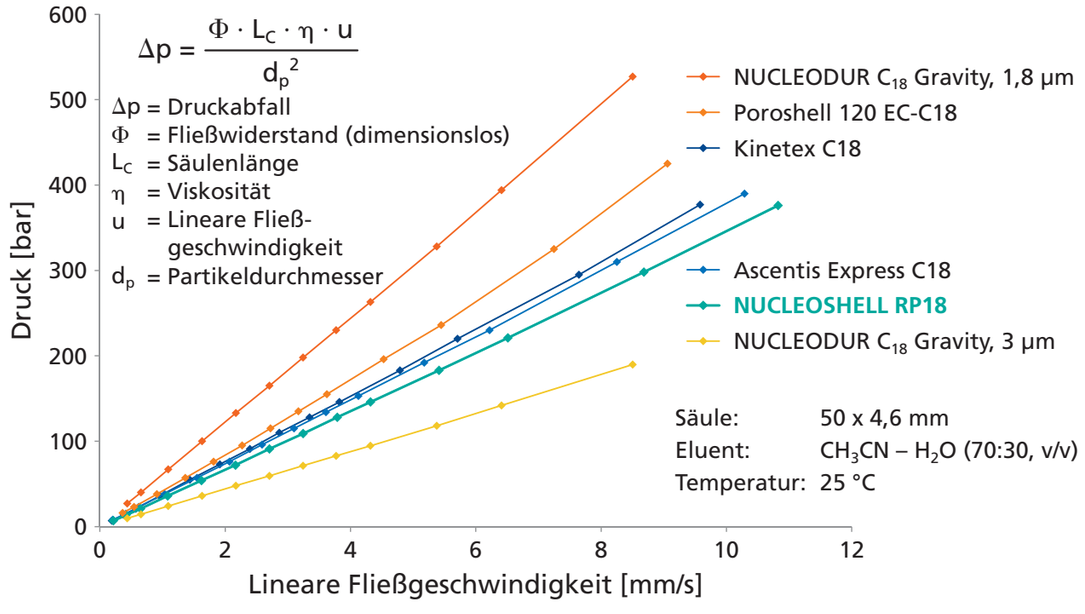
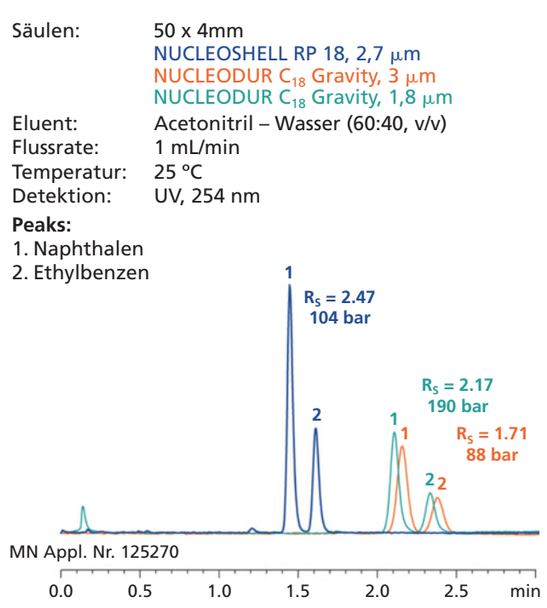


Abbildung 4: Auflösung Rs von Phasen mit verschiedenen Partikelgrößen.



Die verkürzten Diffusionswege (s. Abbildung 1, oben) ermöglichen einen schnellen Stoffaustausch des Analyten zwischen der stationären Phase (Core-Shell-Partikel) und der mobilen Phase (Eluent). Der C-Term der van-Deemter-Gleichung ist hier eine Funktion der „effektiven Partikelgröße". Diese ist durch die poröse Schale bestimmt und damit kleiner als bei vollporösen Partikeln. Die dadurch bedingte Verkleinerung des C-Terms erlaubt auch bei hoher Geschwindigkeit u eine niedrige Bodenhöhe h.

Die kurzen Diffusionswege lassen so hohe Fließgeschwindigkeiten für eine schnelle Analytik ohne Peakverbreiterungen zu.

Auch der A-Term, die so genannte Eddy-Diffusion (s. Abbildung 1, unten) ist eine Funktion der Partikelgröße. Es wird diskutiert, ob neben der geringen Größe der Core-Shell-Partikel auch die enge Partikelgrößenverteilung die Eddy-Diffusion verringert, und so zu schmalen Peaks führt. Die enge Größenverteilung bewirkt ein homogenes und somit ein stabiles Säulenbett.

Im Folgenden werden empirisch bestimmte van-Deemter-Kurven und der Druckabfall von HPLC-Säulen (50 mm × 4,6 mm i.d.) verschiedener Hersteller, gepackt mit Core-Shell-Phasen (Kinetex C18 – Phenomenex Inc., USA; Ascentis Express C18 – Sigma-Aldrich Co., USA; Poroshell 120 EC-C18 – Agilent Technologies Inc., USA; NUCLEOSHELL RP18 – MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG, Germany), vollporösen sub-2 µm Phasen (NUCLEODUR C_{18} Gravity, 1,8 µm – MACHEREY-NAGEL) und vollporösen 3 µm Phasen (NUCLEODUR C_{18} Gravity, 3 µm – MACHEREY-NAGEL) untersucht.

In der dargestellten van-Deemter-Kurve (s. Abbildung 2) ist die minimale Bodenhöhe h der vollständig porösen 3 µm Phase relativ hoch und bei niedriger Fließgeschwindigkeit u. Erwartungsgemäß zeigen sich niedrige Bodenhöhen auch bei hohen Geschwindigkeiten für die sub-2 µm Phase (1,8 µm). Die meisten hier untersuchten Core-Shell-Phasen weisen vorteilhaft bei vergleichbar hohen Geschwindigkeiten noch niedrigere h-Werte auf. Die jeweiligen Minima der effektiven Bodenhöhe liegen bei relativ hohen linearen Geschwindigkeiten.

Betrachtet man auch den Druckabfall (s. Abbildung 3), so zeigen sich deutlich die Vorteile der Core-Shell-Phasen. Selbst bei hohen Fließgeschwindigkeiten sind die Drücke nur geringfügig höher als bei der 3-µm Phase, während der Druck bei der sub-2 µm Phase (1,8 µm) bei hohen Flussraten schnell die Grenze zur ultra-fast HPLC von 400 bar übersteigt.

Die Auflösung R_S einer HPLC-Trennung ist eine Funktion der Bodenzahl N und damit der Partikelgröße d_p (s. Auflösungs-Gleichung [2]).

Van-Deemter-Gleichung

$$h = A + \frac{B}{u} + C \cdot u \qquad [2]$$

A-Term: Eddy-Diffusion
B-Term: Longitudinal-Diffusion
C-Term: Stoffaustausch

Durch die hohen Bodenzahlen N (niedrige Bodenhöhen h) und den geringen effektiven Partikelgrößen d_p zeigen Core-Shell-Phasen in der Anwendung eine bessere Auflösung R_S bei geringem Rückdruck, wie der Vergleich mit vollporösen Kieselgelphasen in Abbildung 4 zeigt. Durch die geringere spezifische Oberfläche verkürzt sich gleichzeitig die Retention und somit die Analysenzeit.

Modifizierungen von Core-Shell-Phasen

Auf Basis der Core-Shell-Technologie werden kommerziell, verschiedene modifizierte Phasen angeboten, die effektive Basendesaktivierungen, hohe pH-Stabilitäten und LC/MS-Eignungen aufweisen und auf allen HPLC-Geräten anwendbar sind.

Octadecyl-modifizierte Core-Shell-Phasen (z.B. NUCLEOSHELL RP 18) verbinden die Vorteile einer schnellen und effizienten HPLC mit der breiten Anwendbarkeit einer RP 18-Phase. Ergänzende und orthogonale Selektivitäten bieten die modernen Modifizierungen PFP (Pentafluorphenyl) und HILIC (Hydrophilic Interaction Chromatography). Aufgrund ihrer anderen Selektivität im Vergleich zur Selektivität von Alkylphasen (C18, C8 etc.) werden sie zur Analyse von Substanzen eingesetzt, die sich mit üblichen C18-Phasen nicht oder nur schwer trennen lassen.

PFP-Core-Shell-Phasen (z.B. NUCLEOSHELL PFP) zeichnen sich durch einen Retentionsmechanismus aus, bei dem neben hydrophoben Wechselwirkungen auch polare, Dipol-Dipol- und π-π-Wechselwirkungen zum Analyten gebildet werden. Daher eignen sie sich besonders für die Trennung von aromatischen und konjugierten Verbindungen (z.B. Nitro- und halogenierte Phenole) und von strukturell ähnliche Analyten (Regioisomere).

Insbesondere für die Analyse von hochpolaren Analyten (z. B. Nucleobasen, Nucleotide, Aminosäuren, Catecholaminen) werden HILIC-Phasen (z.B. NUCLEOSHELL HILIC) empfohlen.

Fazit

Die Core-Shell-Technologie führt zu schnellen Analysemethoden und ausgezeichneten Trennleistungen bei moderaten Drücken und macht somit ultra-fast HPLC-Performance auf konventionellen LC-Geräten möglich.

Durch das breite Selektivitätsspektrum an modifizierten Core-Shell-Phasen finden sich Lösungen für nahezu jedes Trennproblem.

Florian Taft promovierte 2009 am Institut für Organische Chemie der Universität Hannover. Seitdem ist er bei MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG als Laborleiter in der Forschung und Entwicklung im Bereich HPLC tätig. Er ist zuständig für die Entwicklung neuer HPLC-Sorbentien, sowie für die Qualitätssicherung und –verbesserung bestehender Produkte.
E-mail: ftaft@mn-net.com

Detlef Lambrecht ist seit ca. 2 Jahren als Public Relation / Application Manager für den Fachbereich Chromatographie der Firma MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG tätig. Er ist redaktionell für On-Line- und Print-Medien zuständig und für die MN-Applikationsdatenbank mit über 3000 Chromatographie-Applikationen (www.mn-net.com/apps) verantwortlich. Seit seinem Eintritt 1998 als Außendienstmitarbeiter konnte er seine Erfahrungen durch Tätigkeiten im Customer Service Chromatography ausbauen
E-mail: dlambrecht@mn-net.com.

E-mail: **info@mn-net.com**
Website: **www.mn-net.com**

Wie man den Betriebszustand einer länger ungenutzten GC-Säule wiederherstellt

John V. Hinshaw, BPL Global Ltd, Hillsboro, Oregon, USA.

Irgendwann könnte es für Sie nötig werden, den Betriebszustand eines „stillgelegten" GC-Einlasses, einer Säule und eines Detektors wiederherzustellen. Hier steht, wie es geht — einschließlich der Säuleninstallation, Kalibrierung der elektronischen Druckregelung, Ausheizen des Systems und das Erstellen eines Chromatogramms für eine einfache Testmischung.

Vor einigen Monaten musste ich einen Split-Splitlos-Einlass, Säule und Flammen-ionisations-Detektorsystem (FID) einsetzen, welches für mehr als ein Jahr stillgelegt war. Das Gaschromatografie-System (GC) war für eine ventilgestützte Anwendung im Dauereinsatz gewesen, aber der Einlass-Trägergasregler war über den gesamten Zeitraum von der Trägergasversorgung getrennt, und die Säulenofenanschlüsse und Gaseinlässe waren verschlossen gewesen. Die vorgesehene Säule — 20 m × 180 µm, 0,12-µm Filmstärke d_f, Fused-Silica Methylsilikon — war in ihrer Box aufbewahrt worden, Säulenanfang und -ende mit einem Septum verschlossen. Das GC-Gerät selbst befand sich offensichtlich in einem ausgezeichneten Betriebszustand, so dass ich optimistisch eine schnelle Installation und Austestung der Trennleistung erwartete. Zum Glück erwies sich die Vorhersage als zutreffend. Hier sind die von mir durchgeführten Schritte.

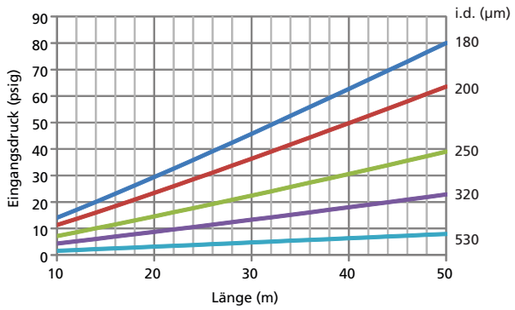
Geräte-Installation

Meine Anfangsaufgabe war, die Pneumatik, den Einlass und den Detektor zu konfigurieren. Nachdem das GC-System eingeschaltet war, überprüfte ich zuerst die Trägergaskonfiguration für den Split-Splitlos-Einlass. Obwohl die eingestellten Säulenparameter nicht der Säule entsprachen, die ich einsetzen wollte, gestattete die Grundeinstellung einen Trägergasfluss zum Einlass, sobald eine Gasversorgung angeschlossen wurde. Ich vergewisserte mich auch, dass der Trägergas-Leckdetektor abgeschaltet war. Ich hatte vor, zunächst die Pneumatik zu spülen und wollte nicht, dass mein System den Trägergasfluss abschaltete. Ich habe dann zweifach überprüft, dass der Einlass und die FID-Heizung abgeschaltet waren und schaltete auch den Detektor und die Druckregler, die im Einsatz gewesen waren, aus.

Pneumatik

Danach schaltete ich die Stromversorgung des GC-Systems ab, ließ den Bereich abkühlen, baute die vorhandene Säule aus und legte den Detektor und die Trägergasversorgung, die im Einsatz gewesen war, still. Dann entfernte ich die Verbindungsrohre an den Gasschaltventilen, wobei ich schriftlich festhielt, wie sie verbunden waren. Die neue Anwendung würde Ofentemperaturen bis zu 300 °C erfordern, beträchtlich oberhalb der Höchstgrenze für Gasprobenventile. Daher trennte ich die Ventile von ihren Aktuatoren und entfernte diese ebenfalls. In meinem nächsten Schritt überprüfte ich die Gasflaschen. Ich fand geeignete Gasreinheiten: Helium- trägergas in Forschungsqualität von 99,9999%, Null-Grad-Luft mit einem Gesamt-kohlenwasserstoffgehalt < 1 ppm und hochreinen Wasserstoff von 99,998%. Der Druckregler für das Trägergas war eine qualitativ hochwertige, zweistufige Einheit mit einem Edelstahldiaphragma und die zweistufigen Manometer für Brenngas waren aus Messing. Während ich die installierten Kupfergasleitungen abwärts verfolgte, fand ich ein entsprechendes Set mehrstufiger Gasfilter, die sich offensichtlich in einem guten Zustand befanden, mit so gut wie keiner erkennbaren Filtererschöpfung. Ich drehte das Trägergas an der Gasflasche ab, verband die Trägergasversorgung mit dem Pneumatikregler für das Split-Splitlos-Einlasssystem, aber ich zog die Verbindung noch nicht vollständig fest an und trennte die Trägergasverbindung, die für die ventilgestützte Anwendung im Einsatz gewesen war. Während ich die Trägergasverbindung installierte, stellte ich fest, dass die bestehenden Leitungen und Ferrules anscheinend nicht übermäßig festgezogen oder zerkratzt waren, und die Überwurfmutter sich problemlos ohne

Abbildung 1: Einlassdruck als Funktion der Säulenlänge für eine Reihe von Säuleninnendurchmessern. Trägergas: Helium bei 120 °C. Mittlere Lineargeschwindigkeit: 40 cm/s. Säulenausgang auf Atmosphärendruck.



Wiederstand auf das Fitting schrauben ließ. Bevor die neue Trägergasverbindung vollständig fest angezogen wurde, drehte ich den Gas--fluss an der Gasflasche auf und spülte dadurch etwas Helium durch die Rohrleitung. Dies würde die zwangsläufig — während die Verbindung abgeklemmt war — eindiffundierte Luft entfernen und somit die vorgeschalteten Filter schützen. Natürlich würde alle zusätzlich vorhandene Luft aus dem Druckregler ebenfalls in die Leitung gelangen. Daher schaltete ich, nachdem ich das Fitting eine viertel Drehung mehr als handfest angezogen hatte, sofort das GC-System ein und stellte, bei einem Einlassdruck von 10 psig (70 kPa), einen Splitfluss von 50 mL/min ein. Ich öffnete auch die Luft- und Wasserstoffanschlüsse, vergewisserte mich, dass die Manometeraus-gangsdrücke einwandfrei waren, aktivierte die FID-Brenngase und überprüfte, ob sie auf die richtigen Werte, entsprechend dem Geräte-Benutzerhandbuch, eingestellt waren. Nachdem die Gasverbindungen, meiner Meinung nach, ausreichend durchgespült waren, stellte ich die Gasflüsse an den Gerätedruckreglern ab und drehte die Gasflaschenventile zu, um eine Gesamtleckprüfung beginnen zu können. Nach 10 Minuten drehte ich die Gasflaschenventile, eins nach dem anderen, auf und beobachtete am Manometer jede Bewegung der Hochdruckanzeiger. Eine erkennbare Schwankung der Hochdruckanzeiger, die mehr als ein Wackeln wie durch leichtes Antippen des Manometers ist, kann ein erhebliches Leck bedeuten, welches weitere Nachforschung erfordert. Da ich keine wahrnehmbare Bewegung erkennen konnte, startete ich mit Hilfe eines Leckdetektors eine verfeinerte Leckprüfung der Wasserstoff- und Heliumleitungen. Mit seiner hochempfindlichen Einstellung erfasste der Sensor des Leckdetektors ein kleines Leck am Fitting des Wasserstofffilters, aber ich konnte es durch eine achtel Drehung des Fittings vollständig abdichten. Anderenfalls hätte ich mich entschieden, die Rohrverbindung um einen Inch zu

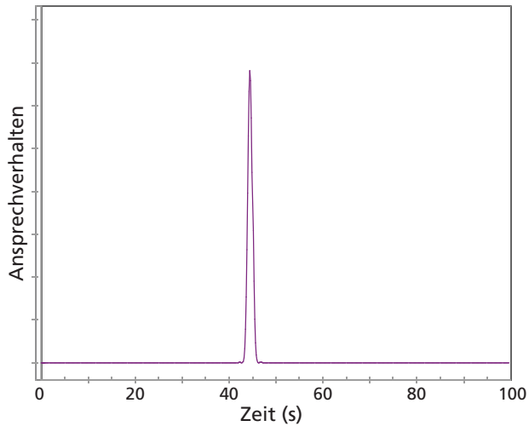
CHIRAL TECHNOLOGIES
Qualität/Kompetenz/Lösungen
CHIRALCEL OZ-H
CHIRALPAK IC-3
CHIRALPAK IA-3
CHIRALPAK AY-H
CHIRALPAK IC-3
CHIRALPAK IA-3
CHIRAL TECHNOLOGIES EUROPE
die Chromatographie-Experten mit dem grössten Portfolio an chiral stationären Phasen einschließlich der innovativen, immobilisierten Polysaccharid-Phasen
R³ Advantage.
R³ veRlässlich Robust Reproduzierbar
Wir finden die richtige Lösung für die Analyse und Isolierung Ihrer chiralen Verbindung.
Wir screenen Ihr chirales Molekül. Ergebnisse innerhalb von 5 Tagen.
CHIRAL TECHNOLOGIES EUROPE
DAICEL GROUP
cte@chiral.fr – www.chiral.fr
MIT SCREENING ZUM ERFOLG

kürzen, und das Fitting mit einer neuen Überwurfmutter und Ferrules zu erneuern, anstatt das undichte Fitting noch weiter festzuzuziehen. Zu diesem Zeitpunkt war das Gerät bereits seit fast einer Stunde in Betrieb, daher konnte man jetzt die Druckfühler auf null stellen, was einige Zeit zur Stabilisierung benötigte. Der größte Driftfehler bei den Druckfühlern ist ihre Nullablesung. Messspannenfehler werden normalerweise nicht korrigiert, da dies ein sehr genaues (und teures) externes Ventil erfordert, aber dabei scheint es genauso gut möglich, dass Fehler eingebracht werden anstatt sie zu korrigieren. Entsprechend den Anweisungen im Handbuch drehte ich die Gasversorgungen ab und ließ die Drücke in den Leitungen auf null abklingen, was etwa 10 Minuten in Anspruch nahm. Anschließend erfolgte über Ansteuerung der Ebene für die pneumatische Nullpunktsrückstellung in der Gerätesoftware die Rückstellung auf null. Danach wurden die Gasversorgungsleitungen wieder geöffnet.

Einlass und Detektor

Ich war davon ausgegangen, dass während eines Jahres des Stillstands irgendwer an den Bauteilen „herumgefummelt" haben könnte und fuhr, nach Einschalten des Gerätes, fort, die Zustände von Einlass und Detektor zu überprüfen. Während des Hantierens am Einlass und Detektor trage ich gerne

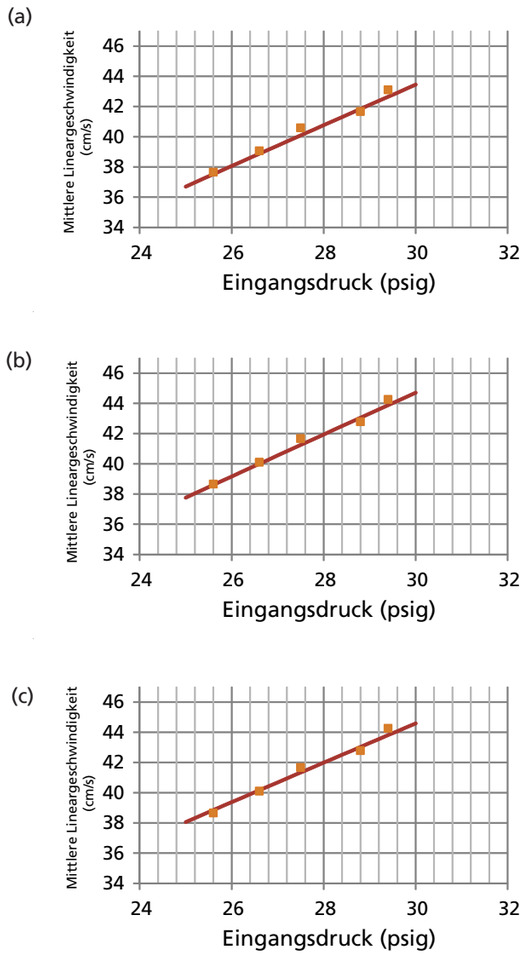
Abbildung 2: Nicht retardierter Peak bei einem Sollwert von 40 cm/s. Säulenabmessungen: 20 × 180 µm; Trägergas: 29,4 psig Helium bei 120 °C.



flusenfreie Handschuhe, aber ich habe auch Pinzette und Spitzzange (behutsam) eingesetzt. Obwohl anscheinend mit ihnen alles in Ordnung war, entfernte und ersetzte ich das Einlass-Septum, den Liner und die Innendichtungen. Während der Einlass auseinandergebaut war, überprüfte ich den Säulenanschluss auf Ferrulestückchen und die Einlassverschlusskappe auf Septumteile. Anschließend baute ich den Einlass mit neuen Bauteilen wieder zusammen. Ich entfernte die Detektorhaube, die Elektrode und das Kollektorröhrchen vom FID-System. Da sie sauber genug waren, setzte ich sie einfach zurück. Der anstehende Leistungstest würde in diesem Bereich alle Probleme

SHIMADZU
GCMS-QP2010 Ultra
eco
POWER
READY
FAILURE
Pacesetter
Das GCMS-QP2010 Ultra setzt Maßstäbe hinsichtlich Geschwindigkeit, Empfindlichkeit und Zukunftssicherheit.
• Maximale Flexibilität: routinemäßiger Hochdurchsatz, F&E oder zweidimensionale Gas-Chromatographie
• Höchste Präzision bei 20.000 amu/s durch das patentierte Advanced Scanning Speed Protocol (ASSP)
• Spezielles Modell für die Qualitätskontrolle: das GCMS-QP2010 SE
• Software-integrierter Ecology-Modus schont Ressourcen und senkt Kosten
www.shimadzu.de

Abbildung 3: Experimentelle Datenpunkte mit theoretischen Drücken und Geschwindigkeiten: (a) Länge = 18,75 m, i.d. = 180 µm; (b) Länge = 19,25 m, i.d. = 183 µm; (c) Länge = 19,25 m, i.d. = 180 µm; Druckkorrektur von 1,75 psi berücksichtigt. In allen Fällen entsprechen die experimentell gemessenen Druck-Geschwindigkeits-Daten den theoretischen Geraden.



deutlich machen. Ich überprüfte auch das FID-Fitting im Ofen, um mich zu vergewissern, dass die innere Verbindungsstrecke frei war. Vor dem nächsten Schritt dichtete ich die FID-Ofen-Verbindung mit einem Graphit-Vespel-Blind-Ferrule ab. Danach wurde die Brenngaskalibrierung für den FID überprüft. Ein vor kurzem kalibrierter, digitaler Flussmesser wurde mit dem FID-Ausgang verbunden und der Luftzufluss zuerst aufgedreht. Der Fluss lag innerhalb einiger weniger Standard-Kubikzentimeter des Sollwertes, daher drehte ich den Luftzufluss ab und den Wasserstoffzufluss auf. Nachdem ich daran gedacht hatte, den Durchflussmesser auf dessen Wasserstoff-anzeige umzuschalten, befand sich die Flussrate ebenfalls nahe am Sollwert. Hätte dieses Gerät über ein Make-Up-Gas für das FID-System verfügt (was nicht der Fall war), hätte ich auch bei dieser Gelegenheit dessen Flussrate überprüft. Bevor ich weitermachte, überzeugte ich mich, dass der Wasserstofffluss abgedreht war. Wenn ich neue Innenteile in einem Einlass habe, heize ich sie, vor der Installation der analytischen Säule, gerne aus. Durch diesen Schritt werden unvermeidbare Verunreinigungen aus dem Einlass entfernt. Ich installierte eine alte Säule mit 250 µm ID, die ich für solche Zwecke greifbar habe, schaltete das GC-System ein und stellte das Trägergas auf 10 psig und 200 sccm (Standardkubikzentimeter) des Splitflusses ein. Das Säulenende wurde noch nicht verbunden. Nach der Vergewisserung, dass ein Splitfluss vorhanden und kalibriert war, überprüfte ich in der Nähe der Einlassdichtungen und des Säulenfittings auf Leckstellen. Danach regelte ich die Einlasstemperatur auf die maximale Anwendungstemperatur plus 20 — in diesem Fall 300 °C. Der Einlass war ein temperaturprogrammierbarer Baustein, der schnell aufheizte. Ich stellte den GC-Ofen auf die Ausheiztemperatur der später zu installierenden Säule ein, ebenfalls 300 °C, hielt diese Ofentemperatur für 10 Minuten konstant und ließ Ofen und Einlass danach wieder abkühlen. Natürlich musste ich, da dieser Ofen seit langem nicht so hoch aufgeheizt worden war, einige meiner Mitarbeiter überzeugen, dass kein Brand oder elektrischer Kurzschluss stattgefunden hatte — dass der Brandgeruch üblich und ich ok war. Es war eine großartige Methode, herauszufinden, wer sich um seine Kollegen kümmert.

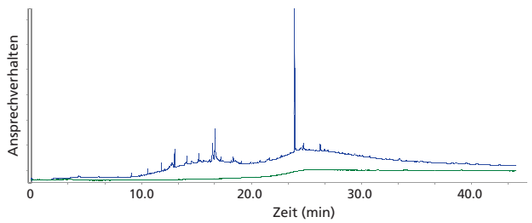
Säuleninstallation und Erprobung

Nachdem der Einlass aufgeheizt und abgekühlt war, konnte ich die analytische Säule installieren. Wie die meisten bereits eingesetzten Fused-Silica GC-Säulen würde diese auch etwas kürzer sein als die ursprünglich auf der Säulenbox angegebene Länge. Ich maß den ungefähren Windungsdurchmesser ab und zählte die Anzahl der Säulenwicklungen auf dem Käfig, um die Länge und dann über eine Schätzung herauszufinden, wie viel noch vorhanden war: Es waren 35 Wicklungen mit einem Durchmesser von 17,5 cm, demnach eine geschätzte Länge von 19,25 m. Es ist wichtig, die Säulenabmessungen zu kennen, da die elektronischen, pneumatischen Regelsysteme die Werte für Druck, Fluss und Geschwindigkeit unter der Annahme berechnen, dass der Analytiker die richtigen Abmessungen eingegeben hat. Sofern die Säulenmaßangaben nicht korrekt sind, werden auch die Betriebsbedingungen falsch sein. Große Fehler, beispielsweise der Einsatz einer Säule mit 250 µm i.d. mit einem pneumatischen System, welches für eine Säule mit 320 µm i.d. eingestellt wurde, sollten unverzüglich deutlich erkennbar sein, aber kleinere Abweichungen werden möglicherweise nicht so offenkundig feststellbar sein. Ich gab die Maßangaben von der Säulenbox, mit einer Länge von 20,0 m, einem Innendurchmesser von 180 µm und einer Filmstärke von 0,12 µm, ein, um herauszufinden, welche Auswirkungen die falschen Säulenparameter erzielen würden. Der dünne stationäre Film würde nicht wesentlich zur pneumatischen Funktion beitragen, aber es ist sinnvoll, sich

anzugewöhnen, bei jeder Säuleninstallation stets alle Säulenabmessungen einzugeben. Ich überprüfte auch, ob das Trägergas auf Helium und der Splitmodus auf Flussreglung und nicht auf Splitverhältnis gesetzt waren. Ich installierte die Säule mit neuen Ferrules in den Einlass. Unter Beibehaltung des gleichen Einlassdrucks von 10 psig drehte ich das Einlassträgergas auf und überprüfte den Säulendurchfluss doppelt, indem ich das Säulenende in ein halb mit destilliertem Wasser gefülltes Autosampler-Fläschchen eintauchte. Das Auftreten von Blasen ließ den Trägergasfluss erkennen. Danach schloss ich das Säulenende an den Detektor an. Nach ein paar Momenten überprüfte ich die Säuleneinlassverbindung auf Leckstellen. Dort gab es keine Probleme.

Ich schaltete das FID-System ein, stellte die Temperatur auf 300 °C und ließ es aufheizen, bis die Temperatur 150 °C erreicht hatte. Dann öffnete ich die Wasserstoff- und Luftzuflüsse und gab über die Tastatur das Zündkommando. Augenblicklich hörte ich den kurzen Knall der Flammenzündung. Ich überprüfte nochmals die Flamme, indem ich einen kalten Maulschlüssel waagerecht über den FID-Ausgang hielt, um eine geringe Wasserkondensation festzustellen. Der FID-Signalpegel war ebenfalls angestiegen und bestätigte, dass die Flamme noch brannte.

Abbildung 4: Die ersten beiden Ausheizvorgänge. Programmrate: 10 °C/min bei einer Anfangstemperatur von 50 °C. Endtemperatur: 300 °C. Die nachfolgenden temperaturprogrammierten Grundlinien ähnelten denen nach dem zweiten Ausheizungsvorgang (grünes Chromatogramm).

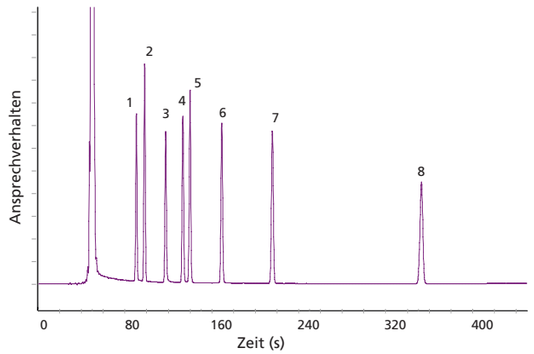


Überprüfung der Säulenabmessungen

Nachdem die Säule installiert, die Flamme gezündet und das Trägergas strömte, war es an der Zeit, sich zu überzeugen, dass der Druckregler auf Säulenparameter eingestellt war, die genau genug waren, um korrekte Angaben zu Durchfluss und Geschwindigkeit zu erzielen. Ich regelte den Ofen auf 120 °C und gab eine lineare Geschwindigkeit von 40 cm/s ein. Nach Stabilisierung der Ofentemperatur regelte sich der Einlassdruck auf 29,4 psig (202 kPa) ein, und ich konnte etwas Methan injizieren.

Bei meiner Metrik entschied ich mich für die mittlere Lineargeschwindigkeit, da dieser Wert einfach mit ausreichender Genauigkeit gemessen werden kann. Der Säulen-durchfluss könnte auch eingesetzt werden, aber dies würde gleichermaßen genaue Messungen geringer Durchflussraten — für die aktuelle Säule etwa 1 mL/min — erfordern, was sehr schwierig durchzuführen ist, selbst wenn die Säule vom Detektor abmontiert würde. Ich konfigurierte einen kurzen, 2-minütigen Lauf auf dem Datenverarbeitungssystem und injizierte 10 µL 1% Methan in Stickstoff, um nicht retardierte Peakzeit und -profil zu erfassen. In Abbildung 2 Ist das Ergebnis dargestellt. Der Methanpeak ist symmetrisch und das Grundlinienrauschen ist ziemlich niedrig. Bei näherer Überprüfung scheint das Rauschen mit dem vergleichbar zu sein, welches in früheren Chromatogrammen mit diesem Gerät erreicht wurde, daher habe ich mich damit nicht weiter befasst. Dieses Ergebnis bedeutet, das System ist dicht, ohne gravierende Detektorlecks oder mangelhafte elektrische Verbindungen und das Einlass-system sowie die Säule sind offensichtlich nicht verstopft oder Verbindungen falsch konfiguriert. Ein tailender Methanpeak würde auf ein Problem im Einlass-Liner, im Säulenanschlussbereich oder möglicherweise blockierten oder falschen Makeup-Gasfluss am Detektor hinweisen. Wie auch immer, die berechnete mittlere Linearge-schwindigkeit von 44 s für die nicht retardierte Peakzeit betrug für eine Säulenlänge von nominal 20 m 45,5 cm/s, dies ist nicht der eingestellte Wert von 40 cm/s. Obwohl dieser ungefähre Fehler von 10% nicht gewaltig ist, ist er aufschlussreich, um mögliche Ursachen für die Abweichung in Betracht zu ziehen. Fehler dieser Art können entstehen, wenn Säulenlänge oder –durchmesser, die Ofentemperatur (die ja die Trägergasviskosität beeinflusst) oder die Drücke nicht exakt an das elektronische Drucksystem übermittelt werden. Man kann theoretische Gleichungen benutzen, um den Bereich der Einlassdrücke zu berechnen, die erforderlich sind, eine mittlere Geschwindigkeit von 40 cm/s mit Helium bei 120 °C zu erzeugen, mit variablen Säulen-längen und –innendurchmessern. Ich benutzte dazu eine Tabelle, um die in Abbildung 1 dargestellte Reihe von Linien zu erstellen. Die Auftragung für eine 20 m × 180 µm Säule verläuft wie erwartet durch den Drucksollwert von 29,4 psig (202 kPa), die gemessene mittlere Geschwindigkeit war jedoch größer als 40 cm/s. Man kann auch eine GC-Druck-Durchfluss-Rechnerauftragung[1] benutzen, um die Auswirkungen auf Durchfluss und Geschwindigkeit bei unterschiedlichen Säulenabmessungen zu untersuchen. Interessierte Chromatografie-Anwender können über die theoretischen

Abbildung 5: Unpolares Kapillarsäulen-Testgemisch. Säulentemperatur: 110 °C; mittlere Lineargeschwindigkeit: 40 cm/s. Peaks: 1 = 2-Octanon, 2 = n-Decan, 3 = 1-Octanol, 4 = 2,6-Dimethylphenol, 5 = n-Undecan, 6 = 2,6-Dimethylanilin, 7 = n-Dodecan, 8 = n-Tridecan. Peak 8 verfügte über 4380 theoretische Böden/m, oder eine Bodenhöhe von 230 µm.



Berechnungen auf einer externen Website[2] detailliertere Ausführungen nachlesen. Die anfangs erfolgte Messung des nicht retardierten Peaks und die Geschwindigkeits berechnung deuten an, dass entweder der Einlass-druckabfall größer als sein eingestellter Wert war, die Säule kürzer als die eingegebenen 20 m war, der Säuleninnendurchmesser geringfügig größer als der Sollwert von 180 µm war, oder die Ofentemperatur falsch kalibriert wurde. Die Ofentemperatur ist der am wenigsten wahrscheinliche „Übeltäter". Dieses GC-System wurde in den letzten drei Monaten temperaturkalibriert und ein Fehler von 10 °C würde nur die Viskosität und damit die Geschwindigkeit allenfalls um weniger als 2% verändern. Über die Temperatur war ich nicht allzu sehr besorgt. Ich wusste bereits, dass die Säule kürzer als die ursprünglichen 20 m war: Aber um wie viel kürzer hätte sie sein müssen, um die gewünschten 40 cm/s am elektronischen Drucksystem zu erzeugen? Um dies zu beantworten, erfasste ich eine Reihe von nicht retardierten Peakzeiten über einen Druckbereich, von dem ich annahm, er würde den wahren 40 cm/s Messpunkt abdecken. Da die mittlere Geschwindigkeit eine Funktion sowohl der Länge als auch des Druckes ist, benutzte ich eine Tabelle, um die theoretischen Lineargeschwindigkeiten als Funktion der Länge und des Druckes zu berechnen. Die theoretischen Vorhersagen stimmten mit den gemessenen Daten gut überein, wenn die Säulenlänge 18,75 m wäre, wie in Abbildung 3(a) dargestellt. Da die eingesetzte Säulenlänge stark von 18,75 m abwich, konnten die experimentellen Daten nicht länger als theoriekonform bezeichnet werden. Ich hatte als Säulenlänge 19,25 m gemessen. Ist in Anbetracht der Messmethode eine Längenabweichung von 50 cm vernünftig? Ein Zählfehler von einer Wicklung bei 55 cm/ Wicklung würde dies erklären. Oder ein Fehler von 0,5 cm bei der Ausmessung des Windungsdurchmessers würde einen ähnlichen Effekt über die 35 Wicklungen bewirken. Nachdem ich dies herausgefunden hatte, beschäftigte ich mich erneut mit der Säule und maß sorgfältig zweimal Windungsdurchmesser und Anzahl der Wicklungen nach. Aber die Ergebnisse waren identisch. Der Windungsdurchmesser schien bis auf 0,15 cm exakt zu sein; die Anzahl der Wicklungen veränderte sich nicht. Folglich schien es, dass die Säulenlänge allein nicht ausreichend war, alle diese Einflüsse auf die Lineargeschwindigkeit zu begründen. Der Säuleninnendurchmesser könnte auch einen Anteil an der Abweichung der Lineargesch-windigkeit haben. Druckabfälle reagieren empfindlich auf das Quadrat des Durchmessers,
daher könnte auch ein geringer Unterschied des aktuellen im Vergleich mit dem nominalen Durchmesser eine Rolle spielen. Ich gab die theoretische Säulenlänge mit 19,25 m ein und berechnete, dass der Innendurchmesser etwa 185 µm sein müsste, um bei einem Einlassdruck von 26,6 psig eine mittlere Geschwindigkeit von 40 cm/s zu erzielen. In Abbildung 3(b) ist dieses Ergebnis dargestellt. Ich nahm auch zu Kenntnis, dass unter der Annahme, die Säule sei 20 m, der Innendurchmesser etwa 188 µm hätte sein müssen, um die Beobachtung zu erklären. Im Allgemeinen sind Säulenin-nendurchmesser ziemlich exakt. Sie werden nach engen Spezifikationen während des Ziehvorgangs des Säulenmaterials durch Präzisions-Laser-Messlehren kontrolliert. Eine Publikation führt den Innendurchmesser des glei-chen Fused-Silica-Materials mit $180 \pm 5\ \mu m^3$ an, damit ist ein oberer Grenzwert von 185 µm nicht außer Reichweite. Schließlich war vielleicht der Einlassdruck nicht kalibriert, obwohl er auf null gesetzt war. Könnten positive oder negative Druckab-weichungen die gemessenen Geschwindig-keitsdaten erklären? Ja, in der Tat. Eine positive Abweichung von 1,75 psia (12 kPa) würde ausreichen — wie in Abbildung 3(c) dargestellt — den Geschwindigkeitseffekt anstelle eines größeren Säuleninnen-durchmessers zu erzeugen. Moderne Druckregelsysteme sollten zu weitaus präziseren Betriebsabläufen in der Lage sein, aber dieses 10 Jahre alte GC-System war dieser Herausforderung nicht gewachsen. Aus den obigen Betrachtungen ergibt sich, dass die wahrscheinlichste Fehlerquelle für die Sollwertanpassung der Lineargeschwin-digkeit und deren Messung der Analytiker war; in diesem Fall, ich selbst. Es war höchst suspekt, das genau eine Wicklung der Säulenwindungslänge für die

Ergebnisse verantwortlich sein könnte, aber die Säulenlänge schien korrekt gemessen zu sein. Eine Verknüpfung von Druck, Durchmesser und Länge könnten zusammengewirkt haben, aber Naivität und die Tatsache, dass Säulen routinemäßig abgeschnitten werden, führte mich zu der Schlussfolgerung, eine Eingabe der berichtigten Säulenlänge war das Beste, um die Lineargeschwindigkeit anzugleichen. Außer dem Abwickeln der Säule und nachzumessen, über wie viele Laborbo-denfliesen sie sich erstreckt — ich habe dies vor langer Zeit einmal gemacht habe und bin anschließend daran gescheitert, eine ordentlich gewickelte Säule in einem Stück, nachdem jemand darauf getreten war, wiederzubekommen — ist danach die beste Methode, die Länge zu messen, die "Wicklungs-Methode". Man muss nur sorgfältig die exakte Windungs zahl und den Durchmesser bestimmen. Zählen Sie zweimal und injizieren Sie einmal. Verwenden Sie die gemessene Länge als Ausgangspunkt, benutzen Sie dann einen GC-Druck-Fluss-Rechner, um für die Eingabe in den Druckregler die angepasste Länge herauszufinden, damit die Geschwindig-keitsanzeige einigermaßen genau ist. Wenn große Korrekturen notwendig scheinen, um die gemessene und angezeigte Linearge-schwindigkeit anzupassen, ziehen Sie die Gesamt-konfiguration in Zweifel und sind Sie vorbereitet, jeden Schritt der System-konfiguration und des Installations vorgangs nachzuprüfen.

Ausheizen und Trennleistungstest

Zum Schluss heizte ich die Säule bei 300 °C aus (zweimal) und startete dann zur Abschätzung der Trennleistung ein Polaritätstestgemisch. In Abbildungs 4 und 5 sind die Ergebnisse dargestellt, die gut innerhalb der Erwartungen lagen, bis auf den leicht tailenden Lösemittelpeak. Dieser tailende Peak hatte das Aussehen eines geringfügigen Detektorproblems, typisch für chlorierte Lösemittel, wie z.B. das hier eingesetzte Methylenchlorid, aber da die Analyten nicht beeinträchtigt waren, beschloss ich, dies zu ignorieren. Mit einer gut charakterisierten Säule in Gang, konnte ich die Anwendung durchführen.

Fazit

Die Wiederherstellung eines länger nicht genutzten Einlass- und Detektorsystems kann unkompliziert sein, wenn Einlass, Säule und Detektor verschlossen und richtig gelagert waren. Die Durchführung ziemlich einfacher Druck- und Hardware-Überprüfungen und Lecktests vor dem Versuch irgendein Chromatogramm zu fahren, wird den Wiederherstellungsprozess beschleunigen. Vorausgesetzt, ein paar Kapillarsäulen kommen mit der gleichen Länge, die auch auf der Säulenbox steht, in den GC-Ofen zurück, stellen Sie sich darauf ein, ein wenig Zeit mit der Anpassung der elektronischen Druckregler-Einstellungen aufzuwenden, wenn exakte Fluss- und Geschwindigkeitsablesungen verlangt werden.

Literatur

1. Siehe Agilent Druck-Durchfluss-Rechner, Anwendung und Software unter http://www.chem.agilent.com/en-US/Support/Downloads/Utilities/pressureflowcalc/Pages/default.aspx.
2. http://wiki.hrgc.com.
3. S. Griffin, *LC•GC N. Amer.*, **20**(10), 928–938 (2002).

GC-Verknüpfungen"-Verfasser **John V. Hinshaw** ist leitender Stabsingenieur bei BPL Global Ltd, Hillsboro, Oregon, USA, und Mitglied des redaktionellen Beratergremiums von *LC•GC Europe*. Direkte Korrespondenz zu dieser Rubrik bitte an: Janet Kelsey, Editor, *LC•GC Ausgabe in deutscher Sprache*, 4A Bridgegate Pavilion, Chester Business Park, Wrexham Road, Chester, CH4 9QH, UK, oder senden Sie eine E-Mail an: jkelsey@advanstar.com

Internationaler Branchentreffpunkt zeigt neue Lösungen und Trends

Vom 17. bis 20. April 2012 wird München erneut zum internationalen Treffpunkt der Labortechnik-, Analytik- und Biotechnologie-Branche. In diesem Jahr erwartet die Besucher aus der Chemie-, Medizin- und Pharma-Industrie ein besonderes Highlight: drei komplett eingerichtete Labore zu den Themen Forensik und Klinische Diagnostik, Kunststoffanalytik sowie Lebensmittel- und Wasseranalytik.

Der Aufwind bei den Geräteherstellern für die Analysen-, Labortechnik und Biotechnologie ist auch auf der analytica zu spüren. Mit rund 1.000 Unternehmen, davon über 30 Prozent internationale, gibt die Branche in fünf Hallen einen komprimierten Marktüberblick über zahlreiche neue Produkte und Geräte für Labore aus Forschung und Industrie. Neben der klassischen Ausstellung erwartet die Besucher ein interessantes Rahmenprogramm mit dem Forum Analytics & Laboratory, dem Forum Biotech und zahlreichen weiteren Highlights. Für den Austausch zwischen Industrie und Wissenschaft sorgt die renommierte analytica Conference mit Top-Speakern aus aller Welt. Neue Elemente, wie das Live Lab, dienen 2012 als zusätzlicher Besuchermagnet und führen zu noch besseren Synergien zwischen Theorie und Praxis.

analytica Live Lab

Erstmals lädt die analytica mit dem Live Lab zum Besuch in eine reale Laborwelt ein. In Teilbereichen der Hallen A3, B1 und B2 können sich die Besucher in täglichen Live-Demonstrationen zu den Themen Forensik und Klinische Diagnostik, Kunststoffanalytik sowie Lebensmittel- und Wasseranalytik informieren. Zudem präsentieren namhafte Unternehmen ihre Geräte im Live-Betrieb — in realer Laborumgebung — und zeigen neue Methoden und Verfahren. Die Sonderschau lädt ein, sich direkt vor Ort mit den Herstellern auszutauschen, neue Produkte erklären zu lassen und individuelle Anwendungsfälle zu diskutieren. Außerdem erwartet die Besucher am ersten Messetag Deutschlands bekanntester Kriminalbiologe: Dr. Mark Benecke. Der Experte auf dem Gebiet der forensischen Entomologie zeigt im Forum Biotech in Halle A3, wie mit Hilfe neuester DNA-Analytik unter anderem Rückschlüsse auf ein Verbrechen bzw. den Täter getroffen werden können.

Wissenstransfer auf Top-Niveau

115 Vorträge in rund 20 Sessions erwarten die Besucher der diesjährigen analytica Conference. Dabei reichen die Themen von der Atemgas-Messung bis zur zerstörungsfreien Untersuchung von Kunstschätzen. Experten aus aller Welt diskutieren an den ersten drei Messetagen die neuesten Methoden und Verfahren auf wissenschaftlichem Niveau. Die Konferenz gibt nicht nur einen Überblick über wissenschaftliche Neuheiten, sondern zeigt auch deren Einsatzmöglichkeiten in

der Industrie auf. Ob Chromatographie, Massenspektrometrie oder Spektroskopie: Neuentwicklungen in der instrumentellen Analytik stehen an allen drei Konferenztagen auf dem Programm. Und auch für klinische Diagnostiker setzt die Konferenz Akzente. In den Fokus des Programms rückt zudem die viel diskutierte Nanotechnik, betrachtet aus dem Blickwinkel der Umweltanalytik. Insgesamt lässt die Konferenz kaum ein Thema aus: moderne Aspekte der Lebensmittelanalytik, neue Methoden der Dopingkontrolle sowie die Miniaturisierung von Analysegeräten und Multiplexing-Techniken in der Bioanalytik stehen mit auf dem Programm. Organisiert wird die analytica Conference vom Forum Analytik, einem Verbund der drei führenden Fachgesellschaften GDCh (Gesellschaft Deutscher Chemiker), GBM (Gesellschaft für Biochemie und Molekularbiologie) und DGKL (Deutsche Vereinte Gesellschaft für Klinische Chemie und Laboratoriumsmedizin).

Forum Laboratory & Analytics

Im Forum Laboratory & Analytics in Halle B2 ergänzen Best-Practice-Vorträge aus der Industrie die Leistungsschau der Aussteller. Die Themen reichen von neuen Messmethoden für Nanoteilchen und ionenselektive Elektroden mit Kohlenstoffnanoröhren über neue Mahltechniken und automatisierte Verfahren für die Probenvorbereitung. Routineanalytiker erhalten in praxisorientierten Ausstellervorträgen sowohl business- als auch anwendungsrelevante Tipps.

Forum Biotech: Best Practice für Anwender

Wegen der gelungenen Premiere 2010 lädt das Forum Biotech auch 2012 zu Vorträgen und Erfahrungsberichten für die Life Sciences in Halle A3 ein. Mit verfeinerten Methoden vervollständigen Biowissenschaftler das Puzzle des Lebens immer mehr, obwohl ihnen für die Messungen oft nur ein paar Zellen oder wenige Mikroliter Probe zur Verfügung stehen. Wie Gerätehersteller diese und andere Herausforderungen der Bioanalytik meistern, berichten sie im Forum Biotech. Selbst für Proteinforscher hält das Forum einige Innovationen parat und auch Vertreter der Pharmabranche erhalten neue Erkenntnisse. Und auch für Analytiker jenseits der Biotechnologie lohnt es sich, einen Blick ins Programm zu werfen, um Inspirationen für die alltägliche Laborarbeit zu gewinnen.

Start-ups im Rampenlicht

Thematisch eng verknüpft ist das Forum Biotech mit der Innovation Area, die sich gleich nebenan befindet. Hier präsentieren Hochschulen, Universitäten und Unternehmen aus den Life Sciences – unter anderem am Gemeinschaftsstand „Forschung für die

Zukunft“ – ihre Forschungsergebnisse und -projekte, Innovationen oder Geschäftsideen. In diesem Jahr mit am Start sind beispielsweise die Biotech-Firmen BioCision LLC und TNC Bio BV, die Fachhochschulen Jena und Nordhausen sowie das Kurt-Schwabe-Institut für Mess- und Sensortechnik e.V. und die Universität Leipzig.

Deutsche Start-ups präsentieren sich auf den beiden Gemeinschaftsständen „Made in Germany“ in den Hallen A3 und B2. In Kooperation mit dem Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (BMWi) fördert die analytica bereits zum dritten Mal diese Initiative. 20 innovative Unternehmen, wie BioGenius, Biontis, BioRob, Büro Analytik, Dr. Dietmar Glindemann, Dr.Licht, glyxera, ImageInterpret, InSCREENeX, Laarmann Deutschland, M2-Automation, MIOPAS, Nanolytik, new diagnostics, Optocell, PAS-Analytik, Tooliss, VERMES Microdispensing, VISOLAS und von Gegerfelt Photonics informieren die Besucher über

ihre neuesten Entwicklungen. Beispielsweise stellt das Hamburger Start-up PAS-Analytik seine innovativen Gasanalysatoren vor. Diese basieren auf einem bestimmten Messverfahren, dessen Prinzip extrem hohe Nachweisempfindlichkeiten und -selektivitäten ermöglicht.

Finanzierungstipps für Life Science-Unternehmen

Wer die Vorgehensweisen der Financiers besser verstehen will, für den ist der Finance Day am letzten Messetag die richtige Plattform. Biotech-Unternehmer treffen auf Kapitalgeber, Vorträge und Diskussionsrunden informieren Interessierte über aktuelle Finanzierungstrends und -modelle rund um die Biotechnologie. Die Themen reichen von der „Frühphasenfinanzierung: Trotzen HTGF und Business Angels der Finanz- und Wirtschaftskrise?“ über „Venture Capital: Knappes Wachstumskapital für Life Sciences-Unternehmen“ und „Industrielle Biotechnologie – Deutsche Vorreiterrolle in einer Schlüsselindustrie der Zukunft“ bis hin zu „Börsennotierte Biotech-Unternehmen: Gesundes Umfeld für Life Sciences?“. Für die ganz Schlagfertigen bietet die Veranstaltung mit dem „Elevator Pitch“ ein besonderes Format: In einer Kurzpräsentation von gerade mal zehn Minuten können sie sich und ihre Geschäftsideen den anwesenden Kapitalgebern direkt vor Ort vorstellen.

Karrieresprungbrett analytica Job Day

Den letzten Messetag widmet die analytica 2012 wieder Job und Karriere. Sowohl Branchenprofis und Fachexperten als auch qualifizierte Berufseinsteiger treffen sich am Freitag, 20. April 2012, in der Halle B2 zum jobvector carreer day, der von der Karriereplattform jobvector organisiert wird.

Parallel findet der Schülertag statt, der den Nachwuchs auf Berufe in den Bereichen Analytik, Labortechnik oder Biotechnologie vorbereitet.

Die Highlights im Überblick:

- **jobvector-Karrierestand:** Am Karrierestand (Halle B2, Stand 440) können Besucher Kontakt zu Personalverantwortlichen aufnehmen und sich an der Jobwall über aktuelle Stellenangebote informieren.
- **jobvector-Forum:** Das jobvector-Forum bietet die Möglichkeit, Einblicke in verschiedene Firmen zu erhalten und sich über Alternativen und Einstiegsmöglichkeiten in die Unternehmen zu informieren. Ein live geführtes Bewerbungsgespräch zeigt, worauf es beim Vorstellungsgespräch ankommt.
- **jobvector-Check:** Bewerber haben die Gelegenheit, ihre Bewerbungsunterlagen fachspezifisch und kostenlos von Experten einer Personalagentur auf Stärken und Schwächen prüfen zu lassen. Voranmeldung unter: www.jobvector.de/muenchen.
- **Schülertag:** Fachexperten der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh), der Gesellschaft für Biochemie und Molekularbiologie (GBM) und dem VBio (Verband Biologie, Biowissenschaften und Biomedizin in Deutschland e.V.) informieren interessierte Schulabgänger über die verschiedenen Studiengänge und Spezialgebiete der Branche, die zugehörigen Anforderungen und die Perspektiven nach einem erfolgreichem Abschluss.

Fortbildung für Laborexperten

Nur wenige Schritte von den Messehallen entfernt wird auch in diesem Jahr täglich praxisnah Wissen aus den Bereichen Chemie, Life Sciences, Pharma, Food und deren Analytik vermittelt. Gemeinsam mit Klinker & Partner bietet die analytica 2012 ein umfangreiches Kursangebot für die berufliche Weiterbildung an. Labormitarbeiter, die der stetigen Anforderung ausgesetzt sind, immer auf dem neuesten Stand zu sein — sowohl in Bezug auf wissenschaftliches Know-how als auch im Labor- und Qualitätsmanagement — können ihren Messebesuch zugleich mit einer Weiterbildung verbinden.

((Kasten))

analytica 2012: Daten und Fakten

Messetermin:	Dienstag, 17. April bis Freitag, 20. April 2012
Ort:	Messe München, Eingang West Hallen A1, A2, A3, B1, B2
Öffnungszeiten:	Dienstag bis Donnerstag von 9.00 bis 18.00 Uhr Freitag 9.00 bis 17.00 Uhr www.analytica.de
analytica Conference:	Dienstag, 17. April bis Donnerstag, 19. April 2012. www.analytica.de/conference
Eintrittspreise:	Tageskarte ab 27 Euro (online)

Online-Buchung der Tickets auf www.analytica.de/tickets
Der Katalog, solange der Vorrat reicht, und die Teilnahme an der analytica Conference sind im Eintrittspreis enthalten.

Produkte

HPLC-Säulen

BAC BV hat zusammen mit Life Technologies Corporation die Markteinführung einer Reihe von POROS CaptureSelect Affinitätssäulen angekündigt. Durch die Kombina-tion der CaptureSelect-Affinitätsliganden-Technologie von BAC mit dem POROS-Harz von Life Technologies bieten die Firmen, wie berichtet, eine Plattform für pro-duktspezifische Hochgeschwindigkeits-, Hochleistungs-Prozessüberwachung für ei-nen breiten Bereich von Biomolekülen. Die Säulen erlauben eine präzise Quantifizie-rung wichtiger Biomolekülklassen in Minuten. Die Affinitätsharze sind in vier unter-schiedlichen Säulenabmessungen (0,1-7,9 mL Säulenvolumen) verfügbar.

www.lifetechnologies.com/www.bacbv.com
BAC BV, Naarden, Niederlande.

Automatische SPE-Arbeitsstation

Biotage hat die RapidTrace+ SPE-Arbeitsstation zur Entwicklung robuster, verlässli-cher Festphasen-Extraktionsmethoden (SPE) für regulierte Laboratorien auf den Markt gebracht. Nach Firmenangaben ist das leistungsstarke Hochdurchsatz-System speziell für die SPE geeignet. Es beseitigt Engpässe, erhöht wirkungsvoll die Ge-schwindigkeit und verringert den damit verbundenen Aufwand. Es ist mit 1 mL-, 3 mL- und 6 mL-SPE-Kartuschen kompatibel und gestattet, so wird berichtet, die Ver-arbeitung von größeren Probenvolumina.

www.biotage.com/sampleprep
Biotage, Uppsala, Schweden.

Ion-Trap-Anwendungen

Bruker hat eine neue Ion-Trap vorgestellt: die amaZon Speed. Wie die Firma mitteilt, ist das Gerät mit verbessertem Auslastungsgrad für die Proteomik und Analyse klei-ner Moleküle geeignet, während gleichzeitig die maximale Ion-Trap-Genauigkeit und die Massenauflösung beibehalten werden. Die amaZon-Baureihe ist speziell zur Steigerung der Möglichkeiten in Forschungsbereichen wir Proteomik, Metabolomik, Screening, Identifikation von Verbindungen und ausführlicher chemischer Analyse ausgelegt.

www.bruker.com
Bruker Daltonik GmbH, Bremen, Deutschland.

Peptid-Trennsäulen

Knauer hat Eurosil Bioselect-Säulen zur Protein- und Peptidtrennung auf den Markt gebracht. Wie die Firma mitteilt, zeichnen sich diese Säulen durch hohe Stabilität und Beladbarkeit aus. Die stationäre Phase auf Silicabasis ist für den Einsatz in der Bi-ochromatografie im analytischen- und Prozess-Maßstab konzipiert. Mit der weiten Porengröße von 300 Å sind, wie berichtet, effiziente Trennungen großer Biomoleküle bis zu 50 kDa möglich. Die Standzeit bei niedrigen pH-Werten soll das Material für mobile Phasen mit TFA einsatzfähig machen. Die Säulen sind in vier unterschiedlichen Modifikationen (C18, C18A, C8 und C4) und mit einem Teilchengrößenbereich von 3-5 µm verfügbar.

www.knauer.net/columns
Knauer, Berlin, Deutschland.

Filtersystem

Merck Millipore hat angekündigt, dem Produktportfolio ihrer Einweg-Tiefenfilter-systeme die Millistak-µPod-Filter als Ergänzung hinzuzufügen. Der kleinere 23 cm^2-Filter ist als Hilfsmittel für ein Screening zur Auswahl und Optimierung von Tiefenfil-tern in der Prozessentwicklung gedacht. Wie die Firma mitteilt, können Anwender einfach mehrere Bausteine parallel oder in Reihe zum schnellen Screening von Me-dienkombinationen verbinden. Das Filter ist in vier Medienkategorien verfügbar und repräsentiert 26 unterschiedliche Medienqualitäten. Wie berichtet, sind die Filtersysteme ideal für einen breiten Anwendungsbereich bei Erst- und Zweitklärung.

www.merck-millipore.com

Merck Millipore, Darmstadt, Deutschland.

Gaschromatograf

Shimadzu hat den GC-2025-Kapillargaschromatografen auf den Markt gebracht, der, wie berichtet, durch verringerten Strom- und Trägergasverbrauch die Umweltbela-stung verringert, dabei aber weiterhin die für Analysen mit Kapillaren erforderliche Trennleistung gewährleistet. Der GC-2025 enthält einen digitalen Flussregler, der sowohl Träger- und Detektorgase steuert, einen energiesparenden Säulenofen mit geringem Volumen, der weniger Wärmeverlustaufweist, und so eine tiefgreifende Verbesserung der Funktionsfähigkeit ermöglicht. Wie der Hersteller mitteilt, bietet der kompakte GC-2025 umweltfreundliche, hochwertige Trennleistung.

www.shimadzu.eu

Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, Deutschland.

Vollautomatisierte Analyse

CAMAG hat das DBS-MS 500 System vorgestellt, welches, wie berichtet, in der Lage ist, bis zu 500 DBS-Karten vollautomatisch zu analysieren. Der Hersteller teilt mit, die Hauptmerkmale des Systems sind: vollautomatische Handhabung von bis zu 500 DBS-Karten; optische DBS-Positionierung und Identifikation einschließlich Barcode-Lesemodul (OCR-Modul); eine zuverlässige Waschstation, die Verschleppung ver-meidet; als Option die Einsatzmöglichkeit eines Internen Standards (ISA-Modul); und einfache Integration mit einem LC–MS-System.

www.camag.com

Camag, Muttenz, Schweiz.

Analytextraktion

Mit einer kombinierten Sorbensphase aus Ethylenglykol (EG) und Silikon hat Gerstel hat den EG-Silikon-Twister vorgestellt. Wie berichtet, werden sowohl unpolare Stoffe als auch eine Reihe polarer Komponenten extrahiert und angereichert, während der Twister die Probe durchmischt. Mehrplatz-Rührplatten ermöglichen eine effiziente Parallelextraktion der Proben. Zur thermischen Desorption und GC–MS-Analyse wer-den Twister anschließend in dichte Glasröhrchen verbracht. Dank des großen Sor-bensphasenvolumens und der effizienten Durchmischung ist der Twister in der Lage, Analyten aus Probenvolumina bis zu 200 mL extrahieren, wodurch eine äußerst hohe Empfindlichkeit gewährleistet wird. Nach Firmenangaben lässt sich die Empfindlich-keit durch mehrere Twister mit Hilfe einer parallelen Thermodesorption für jeden GC-MS-Lauf nochmals steigern.

www.gerstel.de

GERSTEL, Mülheim an der Ruhr, Deutschland.

Kontakte

Group Publisher
Michael J. Tessalone
mtessalone@advanstar.com

Director of Content
Peter Houston
phouston@advanstar.com

Editor (electronic)
Janet Kelsey
jkelsey@advanstar.com

Editor (print)
Alasdair Matheson
amatheson@advanstar.com

Assistant Editor
Kate Mosford
kmosford@advanstar.com

Associate Publisher
Lee Noyes
lnoyes@advanstar.com

Sales Executive
Lindsay Jones
ljones@advanstar.com

Marketing Manager
Elizabeth Yearsley
eyearsley@advanstar.com

Sales Operations Manager
Claire Rice
crice@advanstar.com

Graphic Designer
Paul Davis
pdavis@advanstar.com

Advanstar Communications
Bridgegate Pavilions, 4A
Chester Business Park,
Wrexham Road,
Chester, CH4 9QH

President, Chief Executive Officer
Joseph Loggia

Executive VP, Corporate Development
Eric I. Lisman

Executive VP, Market Development, & Licensing Groups
Georgiann Decenzo

Executive VP, Healthcare & Pharma/Science Group
Ron Wall

Executive VP, Chief Administrative Officer
Thomas Ehardt

Executive VP, Chief Marketing Officer
Steve Sturm

VP, General Manager
David C. Esola

VP, Chief Financial Officer
Ted Alpert

VP, Information Technology
J. Vaughn

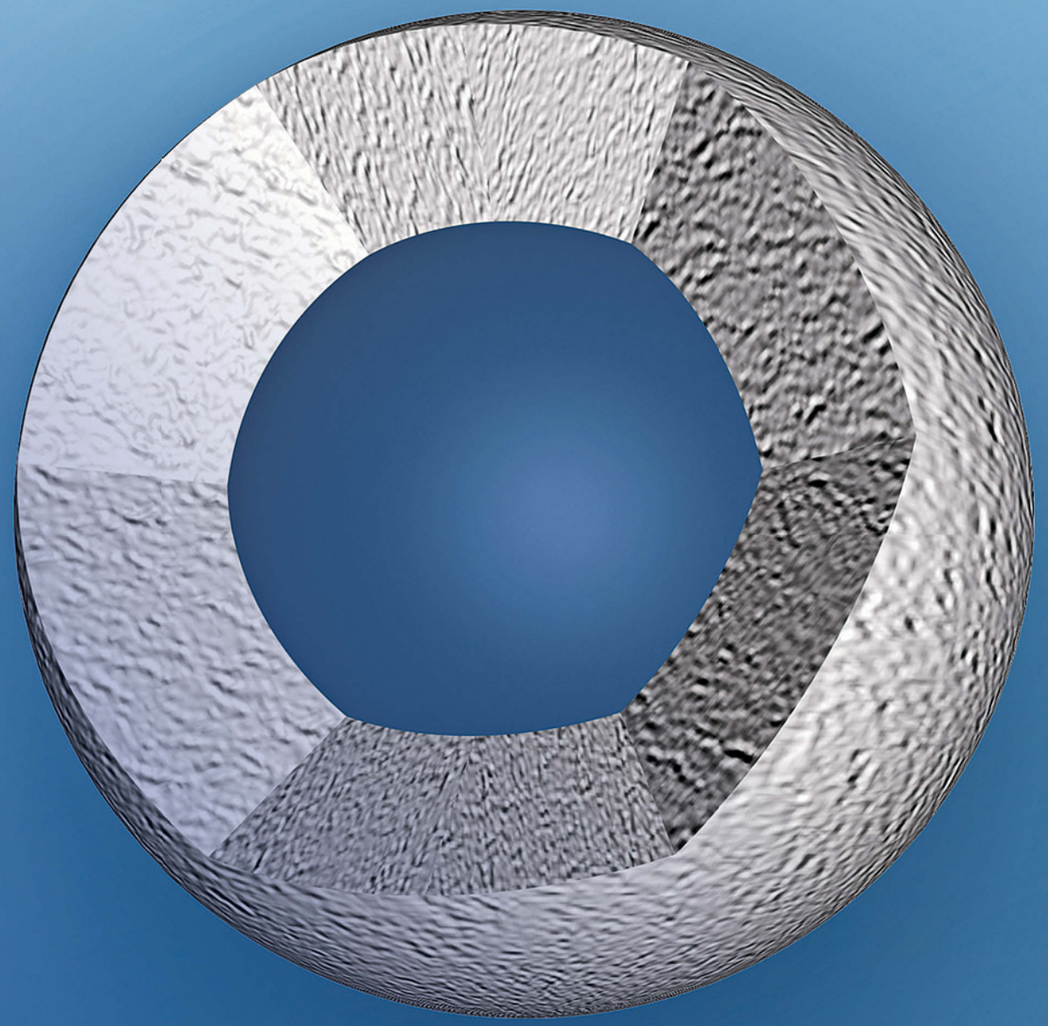
VP, Electronic Media Group
Mike Alic

VP, Media Operations
Francis Heid

VP, Human Resources
Nancy Nugent

VP, General Counsel
Ward D. Hewins

Corporate Office, 641 Lexington Ave., 8th Floor, New York, NY 10022-4503



©2012 Advanstar Communications Inc. All rights reserved. No part of this publication may be reproduced or transmitted in any form or by any means, electronicor mechanical including by photocopy, recording, or information storage and retrieval without permission in writing from the publisher. Authorization to photocopy items for internal/educational or personal use, or the internal/educational or personal use of specific clients is granted by Advanstar Communications Inc. for libraries and other users registered with the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Dr. Danvers, MA 01923, 978-750-8400 fax 978-646-8700 or visit http://wvww.copyright.com online. For uses beyond those listed above, please direct your written request to Permission Dept. fax 440-756-5255 or email: mcannon@advanstar.com.